

EXTRACTION AND RECOVERY OF HESPERIDIN CONTAINED IN CITRUS FRUITS

Patent number: JP8188593
Publication date: 1996-07-23
Inventor: IFUKU YASUSHI; MAEDA HISAO; MIYAKE MASAKI;
INABA SHINYA; AYANO SHIGERU; OZAKI
YOSHIHIKO; HATAKE KEIJI; MARUYAMA KAZUYUKI
Applicant: WAKAYAMA AGRIBIO KENKYU CENTER
Classification:
- international: **A61K31/70; C07B63/04; C07H1/08; C07H17/07;**
A61K31/70; C07B63/00; C07H1/00; C07H17/00; (IPC1-
7): A61K31/70; A61K35/78; C07B63/04; C07H17/07;
C07H1/08
- european:
Application number: JP19950002176 19950110
Priority number(s): JP19950002176 19950110

Report a data error here

Abstract of JP8188593

PURPOSE: To provide a method for efficiently extracting hesperidin from squeezed lees of tangerine and a method for recovering hesperidin from an extracted solution of hesperidin. **CONSTITUTION:** Squeezed lees of a citrus fruit is adjusted to pH11.5 to pH12.5 by adding an alkaline earth metal compound such as calcium hydroxide using a pH adjustor and mixed under stirring after pH adjustment. The stirred mixture is squeezed under a prescribed pressure and the pressed liquid obtained by squeezing centrifuged to give an extracted solution of hesperidin. The prepared extracted solution of hesperidin is adjusted to pH5.0 to pH5.5, heat-treated once and centrifuged to recover hesperidin.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-188593

(43) 公開日 平成8年(1996)7月23日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 7 H 17/07

1/08

// A 6 1 K 31/70

ABU

ADK

35/78

ABF K

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平7-2176

(22) 出願日

平成7年(1995)1月10日

(71) 出願人 391045428

株式会社和歌山アグリバイオ研究センター

和歌山県和歌山市美園町5丁目1番地の1

(72) 発明者 伊福 靖

和歌山市西浜3-7-84

(72) 発明者 前田 久夫

大阪市住吉区大領3-1-38

(72) 発明者 三宅 正起

和歌山県那賀郡岩出町紀泉台426-34

(72) 発明者 稲葉 伸也

和歌山県那賀郡貴志川町国主271-83

(74) 代理人 弁理士 杉本 勝徳 (外1名)

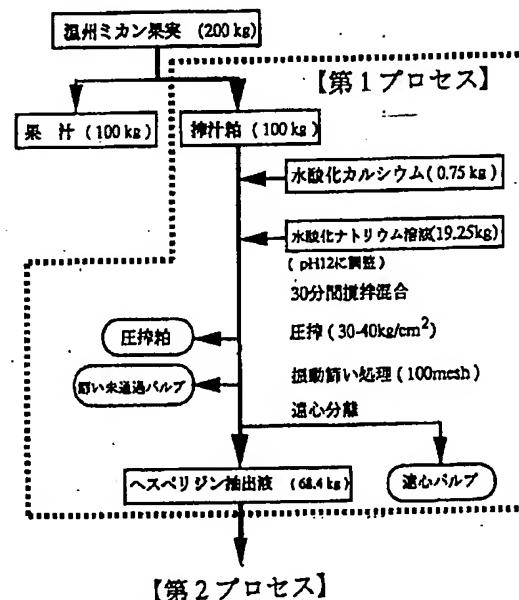
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 柑橘類に含有されるヘスペリジンの抽出方法および回収方法

(57) 【要約】

【目的】温州みかん搾汁粕から効率よくヘスペリジンを抽出できるヘスペリジンの抽出方法およびこのヘスペリジン抽出液から効率よくヘスペリジンを回収することができるヘスペリジンの回収方法を提供することを目的としている。

【構成】柑橘類の搾汁粕に水酸化カルシウム等のアルカリ土類金属化合物とpH調整剤とを添加してpHを11.5~12.5に調整するとともに、pH調整後攪拌混合し、この攪拌混合物を所定の圧力で圧搾したのち、圧搾によって得た圧搾液を遠心分離してヘスペリジン抽出液を得た。そして、得られたヘスペリジン抽出液をpH5.0~5.5に調整して一旦加温処理したのち、遠心分離してヘスペリジンを回収するようにした。



【特許請求の範囲】

【請求項1】柑橘類の搾汁粕にアルカリ土類金属の水酸化物、炭酸塩、硫酸塩、硝酸塩、乳酸塩、塩化物等からなる群より選ばれた少なくとも1種のアルカリ土類金属化合物とpH調整剤とを添加してpHを11.5～12.5に調整する工程、pH調整後攪拌混合する工程、この攪拌混合物を所定の圧力で圧搾する工程、圧搾によって得た圧搾液を遠心分離してヘスベリジン抽出液を得る工程を備えるヘスベリジンの抽出方法。

【請求項2】請求項1の抽出方法で得られたヘスベリジン抽出液をpH5.0～5.5に調整したのち、一旦加温処理する工程、加熱処理された抽出液を遠心分離して得た第1の遠心スラッジを所定量の水に分散させる工程、第1の遠心スラッジの水分散液を遠心分離して第2の遠心スラッジを得る工程、第2の遠心スラッジを乾燥させる工程を備えるヘスベリジンの回収方法。

【請求項3】請求項1の抽出方法で得られたヘスベリジン抽出液をpH5.0～5.5に調整したのち、一旦加温処理する工程、加熱処理された抽出液を遠心分離して得た上澄み液を吸着材が充填されたカラムに通し、上澄み液中のヘスベリジンを前記吸着材に吸着させる工程、吸着材に吸着したヘスベリジンを溶剤によって溶出させる工程、溶出液を濃縮する工程を備えるヘスベリジンの回収方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、柑橘類に含有されるヘスベリジンの抽出方法および回収方法に関する。

【0002】

【従来の技術】温州みかんは、わが国の主要な果実の1つであるが、そのまま皮を剥いて食する場合や、搾汁して飲料として供される場合などがある。ところで、温州みかんを搾汁すると、搾汁粕が必ず発生する。この搾汁粕は、その一部が家畜の飼料などに利用される以外は、一般に乾燥させたのち、廃棄処理されているのが現状である。

【0003】また、搾汁粕の乾燥工程の前処理として行っているライミング、圧搾処理で得られる圧搾液（二次搾汁液）も、その一部が濃縮されシトラスモラセスとして発酵用原料に利用されている程度で、ほとんどが廃棄されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、二次搾汁液を含め、搾汁粕中にはビタミンP活性を有し、食品の強化剤や風邪薬の配合剤として利用されているとともに、最近、血圧降下作用および抗アレルギー作用などの新しい薬理作用が報告されているヘスベリジンが、多量に含まれている。したがって、このような搾汁粕をただ廃棄してしまうのは資源の無駄使いである。

【0005】ところで、温州みかん搾汁粕に含まれるヘ

スベリジンを抽出する方法としては、果汁加工の副産物として製造された乾燥搾汁粕（乾燥果皮）を、水酸化ナトリウムを用いて処理し、抽出する方法、所謂アルカリ抽出法が一般に知られている。しかし、この方法は、搾汁粕をあらかじめ乾燥するため非効率的であり、さらに、得られる抽出液中に夾雑物が多く共存するので収量が低いとともに、排出される残渣の処分が困難であることなどから工業的な実用化には至っていない。

【0006】本発明はこのような事情に鑑みて、温州みかん搾汁粕から効率よくヘスベリジンを抽出できるヘスベリジンの抽出方法およびこのヘスベリジン抽出液から効率よくヘスベリジンを回収することができるヘスベリジンの回収方法を提供することを目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】請求項1の発明（以下、「第1発明」と記す）にかかるヘスベリジンの抽出方法は、柑橘類の搾汁粕にアルカリ土類金属の水酸化物、炭酸塩、硫酸塩、硝酸塩、乳酸塩、塩化物等からなる群より選ばれた少なくとも1種のアルカリ土類金属化合物とpH調整剤とを添加してpHを11.5～12.5に調整する工程、pH調整後攪拌混合する工程、この攪拌混合物を所定の圧力で圧搾する工程、圧搾によって得た圧搾液を遠心分離してヘスベリジン抽出液を得る工程を備える構成とした。

【0008】上記構成において、アルカリ土類金属化合物としては、特に限定されないが、たとえば、水酸化カルシウム、塩化カルシウム、炭酸カルシウム、乳酸カルシウム、塩化バリウム、水酸化マグネシウム、塩化マグネシウム、硫酸マグネシウム、硝酸マグネシウム等が挙げられる。また、pH調整剤としては、水酸化ナトリウムや水酸化カリウム等のアルカリ金属の水酸化物が挙げられる。

【0009】ただし、食品素材、医薬品原料としての安全性、経済性、作業効率等を考慮した場合、水酸化カルシウムと、水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムとを組み合わす方法が有効である。搾汁粕のpHは、11.5～12.5に調整されるが、12付近が最も好ましい。すなわち、搾汁粕のpHが11.5を下回ると、ヘスベリジンが十分に抽出できなくなり、pHが12.5を越えてもヘスベリジンの抽出効率はそれ以上向上しない。

【0010】因に、アルカリ土類金属化合物として水酸化カルシウムを使用する場合、その添加量は、搾汁粕に対して0.5～1.0重量%程度とすることが好ましい。請求項2の発明（以下、「第2発明」と記す）にかかるヘスベリジンの回収方法は、上記第1発明で得たヘスベリジン抽出液をpH5.0～5.5に調整したのち、一旦加温処理する工程、加熱処理された抽出液を遠心分離して得た第1の遠心スラッジを所定量の水に分散させる工程、第1の遠心スラッジの水分散液を遠心分離

して第2の遠心スラッジを得る工程、第2の遠心スラッジを乾燥させる工程を備える構成とした。

【0011】上記構成において、まず、ヘスベリジン抽出液のpHを7.0以下の酸性域にすればよいのであるが、pHが5.0を下回ると、回収したヘスベリジンの純度が低下し、pHが5.5を越えると、ヘスベリジン回収率が低下する傾向が強まり、pHを5.0~5.5に調整する。また、ヘスベリジン抽出液は、塩酸等の酸を添加することによってpHを調整できる。

【0012】さらに、pH調整後の加熱温度は、60℃以上が好ましく、70℃付近が特に好ましい。すなわち、60℃を下回ると、ヘスベリジン回収率が低下する。なお、75℃を越えそれ以上加熱してもヘスベリジン回収率は向上しない。なお、加熱処理された抽出液は、一旦20℃付近まで冷却することが好ましい。すなわち、ヘスベリジン回収率は、冷却によって特に影響を及ぼされないが、20℃付近まで冷却すれば、操作性の点で好ましい。

【0013】また、ヘスベリジンの回収率は、加熱温度と遠心分離処理までの保持時間とをそれぞれ調節することによってを任意に調整可能となる。請求項3の発明（以下、「第3発明」と記す）にかかるヘスベリジンの回収方法は、第1発明で得たヘスベリジン抽出液をpH5.0~5.5に調整したのち、一旦加温処理する工程、加熱処理された抽出液を遠心分離して得た上澄み液を吸着材が充填されたカラムに通し、上澄み液中のヘスベリジンを前記吸着材に吸着させる工程、吸着材に吸着したヘスベリジンを溶剤によって溶出させる工程、溶出液を濃縮する工程を備える構成とした。

【0014】上記構成において、吸着材としては、特に限定されないが、たとえば、スチレンDVB（ジビニルベンゼン）系、アクリルDVB系およびフェノール系の合成吸着樹脂等が挙げられる。溶剤としては、特に限定されないが、たとえば、エタノール、イソプロピルアルコールなどのアルコール類が挙げられ、安全性を考慮すると、エタノールが特に好ましい。

【0015】因に、エタノールを溶剤として使用する場合、30重量%以上であれば特に問題がないが、50~75重量%程度の水溶液として用いることが好ましい。

【0016】

【作用】上記第1発明の構成によれば、搾汁粕中に含まれる従来抽出効率を低下させている原因であるとともに、夾雑物であるペクチンがペクチン酸カルシウムやペクチン酸マグネシウム等のアルカリ土類金属塩に変わり除去され、ヘスベリジンが抽出されやすくなると考えられる。

【0017】上記第2発明の構成によれば、第1発明の抽出方法で得られたヘスベリジン抽出液から効率よく、ヘスベリジンを回収することができる。上記第3発明の構成によれば、第1発明の抽出方法で得られたヘスベリ

ジン抽出液から効率よく、高濃度のヘスベリジン濃縮液を効率よく回収することができる。

【0018】

【実施例】以下に、本発明をその実施例を参照しつつ詳しく説明する。

（実施例1）

【第1プロセス】

1-① 図1に示すように、200kgの温州みかん果実を搾汁して100kgの果汁と100kgの搾汁粕を得た。得られた搾汁粕には、水分が80.2%、ヘスベリジンが1.08%の割合で含まれていた。

【0019】1-② この搾汁粕100kgに対して水酸化カルシウムを0.75kg添加し、さらに4.3%水酸化ナトリウム溶液を19.25kg加えてpHを12に調整した。

1-③ この状態で30分間攪拌、混合した後、30~40kg/cm²の圧力で圧搾した。

【0020】1-④ 圧搾液を100メッシュ（150μm）の振動篩で濾過した後、遠心分離処理を行い、上澄み液としてのヘスベリジン抽出液を得た。得られたヘスベリジン抽出液中に含まれるヘスベリジンの総量は、100kgの搾汁粕中に含まれるヘスベリジンの64.1%であった。

【第2プロセス】

2-① 図2に示すように、上記第1プロセスで得たヘスベリジン抽出液に1.4リットルの12N塩酸を加えてpH5.0に調整し、加温（70℃）と冷却（20℃）を連続的に行って冷却液を得た。

【0021】2-② 冷却液を遠心分離して第1の遠心スラッジを4.5kg沈澱画分として得るとともに、65kgの上澄み液を得た。なお、4.5kgの第1の遠心スラッジのヘスベリジンの総量は、100kgの搾汁粕中に含まれるヘスベリジンの30.4%であった。また、65kgの上澄み液中に含まれるヘスベリジンの総量は、100kgの搾汁粕中に含まれるヘスベリジンの31.1%であった。

【0022】2-③ 分離して得た4.5kgの遠心スラッジを60リットルの水によって水洗したのち、さらに遠心分離処理した第2の遠心スラッジ2.3kgを得た。

【0023】2-④ 第2の遠心スラッジ2.3kgを乾燥して0.42kgの粗ヘスベリジンを得た。なお、得られた粗ヘスベリジンは、ヘスベリジンの含有率が70.0%であって、粗ヘスベリジン中のヘスベリジンの総量が100kgの搾汁粕中に含まれるヘスベリジンの27.7%であった。

【0024】2-⑤ 第2の遠心スラッジ2.3kgを乾燥して0.42kgの粗ヘスベリジンを得た。なお、得られた粗ヘスベリジンは、ヘスベリジンの含有率が70.0%であって、粗ヘスベリジン中のヘスベリジンの総量が100kgの搾汁粕中に含まれるヘスベリジンの27.1%であった。

【0023】【第3プロセス】

3-① 図2に示すように上記2-②の工程において得

られた65kgの上澄み液を吸着材としての合成吸着樹脂が充填されたカラム中を通し、上澄み液中のヘスベリジンを合成吸着樹脂に吸着させた。

3-② ヘスベリジンの吸着した合成吸着樹脂を、200リットルの水で水洗した後、70% (W/W) エタノールによってヘスベリジンを溶出させて80リットルの溶出液を得た。なお、溶出液中に含有されるヘスベリジンの総量は、100kgの搾汁粕中に含まれるヘスベリジンの28.0%であった。

【0024】3-③ 得られた溶出液を濃縮して2.97kgのヘスベリジン濃縮液を得た。なお、ヘスベリジン濃縮液中のヘスベリジン含有率は10.0%で、ヘスベリジン濃縮液中に含有されるヘスベリジンの総量は、搾汁粕中に含まれるヘスベリジンを100%として27.5%であった。なお、ヘスベリジン抽出液を得る際に添加する水酸化カルシウムの量をはじめとする抽出および回収条件は、以下の通りにして決定した。

【0025】すなわち、温州みかん搾汁粕 (水分84. *

*2%、ヘスベリジン含量0.84%) 1000gに対して、水酸化カルシウムを0 (無添加) 重量%~1.0重量%の範囲で、0.25重量%きざみで、また、1.0重量%~2.0重量%の範囲で0.5重量%きざみで添加し、さらに1N水酸化ナトリウム溶液または水酸化カリウム溶液を加えることによりpHを12に調整するとともに、水で全量を1200gに調製した。この状態で30分間攪拌混合した後、圧搾 (手搾り) した。

【0026】つぎに、得られた圧搾液を100メッシュ (150μm) の篩で濾過した後、ろ過液を遠心分離処理 (10000rpm、10分間) して、上澄部をヘスベリジン抽出液として得た。そして、ヘスベリジン抽出液の液量、ヘスベリジン含有率およびヘスベリジン抽出率を表1 (pH調整剤: 水酸化ナトリウム) および表2 (pH調整剤: 水酸化カリウム) に示す。

【0027】

【表1】

表1 ヘスベリジンの抽出に及ぼす水酸化カルシウム添加率の影響 (pH調整剤: 水酸化ナトリウム)

	水酸化カルシウム添加率 (%)						
	0	0.25	0.50	0.75	1.00	1.50	2.00
抽出液量 (ml)	159	554	743	790	759	705	638
ヘスベリジン含有率 (%)	0.72	0.71	0.72	0.70	0.63	0.52	0.36
ヘスベリジン抽出率 (%)	13.6	46.8	63.8	65.7	56.8	43.4	26.9

供試試料 (ヘスベリジン含有率: 0.84%) 1kgに水酸化カルシウム0~20g添加後、水酸化ナトリウム溶液によりpH調整を行い、全量を1.20kgに調製した。

【0028】

※30※ 【表2】

表2 ヘスベリジンの抽出に及ぼす水酸化カルシウム添加率の影響 (pH調整剤: 水酸化カリウム)

	水酸化カルシウム添加率 (%)						
	0	0.25	0.50	0.75	1.00	1.50	2.00
抽出液量 (ml)	159	522	728	775	740	687	604
ヘスベリジン含有率 (%)	0.72	0.72	0.72	0.70	0.64	0.52	0.36
ヘスベリジン抽出率 (%)	13.6	44.7	62.4	64.6	55.8	42.0	26.0

供試試料 (ヘスベリジン含有率: 0.84%) 1kgに水酸化カルシウム0~20g添加後、水酸化カリウム溶液によりpH調整を行い、全量を1.20kgに調製した。

【0029】表1および表2に示すように、pH調整剤として水酸化ナトリウムおよび水酸化カリウムのいずれを用いた場合でも、水酸化カルシウムの添加割合が0.5~1.0重量%の範囲でヘスベリジン抽出率の高くなることが判った。特に水酸化カルシウムを0.75重量%添加した場合、最も効率良く抽出できることが明らかになった。そこで、上記のように水酸化カルシウムを0.75重量%添加した。

【0030】 (比較例1) 水酸化カルシウムを全く加え

ず、水酸化ナトリウムのみを100kgの搾汁粕に添加して抽出した以外は、実施例1と同様にしてヘスベリジン抽出液を得た。しかし、ヘスベリジン抽出液中には、多量の夾雑物が混ざっていると同時に、ヘスベリジン抽出液中に含有するヘスベリジンの総量が100kgの搾汁粕に含まれる総量の約10%であった。

【0031】 (実施例2) 温州みかん搾汁粕 (ヘスベリジン含量0.96%) 1000gに対して、100ミリモル/kgの水酸化カルシウム (7.5g)、塩化カルシ

ウム(二水和物, 14.7g)、炭酸カルシウム(10.0g)、塩化バリウム(二水和物, 24.4g)および硝酸マグネシウム(六水和物, 24.6g)をそれぞれ添加し、さらに水酸化ナトリウム溶液を加えることによりpHを12に調整するとともに、水で全量を1200gに調製した。この状態で30分間攪拌混合した後、圧搾(手搾り)した。

【0032】つぎに、得られた圧搾液を100メッシュ*

表3 ヘスベリジンの抽出に及ぼすアルカリ土類金属化合物の影響

抽出液量 (ml)	アルカリ土類金属化合物							抽出率 (%)
	水酸化カルシウム	塩化カルシウム	炭酸カルシウム	塩化バリウム	塩化マグネシウム	硝酸マグネシウム	硝酸バリウム	
抽出液量 (ml)	744	755	614	759	637	609	585	162
ヘスベリジン含有率 (%)	0.85	0.82	0.80	0.85	0.79	0.80	0.83	0.57
ヘスベリジン抽出率 (%)	65.9	64.2	51.0	67.2	52.6	51.0	50.9	9.6

供試試料(ヘスベリジン含有率:0.96%)1kgにアルカリ土類金属化合物を各々100ミリモル添加後、水酸化ナトリウム溶液によりpH12に調整し、全量を1.20kgにした。

【0034】表3に示すように、いずれの化合物もアルカリ土類金属化合物無添加物に比べて抽出率が大幅に向上した。特に、水酸化カルシウム、塩化カルシウムおよび塩化バリウムを添加することによりヘスベリジンの抽出効果は著しく向上した。

【0035】(実施例3)温州みかん搾汁粕(ヘスベリジン含量1.17%)1000gに対して塩化カルシウム(二水和物)を0重量%~1.00重量%の範囲で0.25重量%きざみで、また、1.00重量%~2.50重量%の範囲で0.50重量%きざみで添加量を変えて添加するとともに、水酸化ナトリウム溶液でpH12に調整し、その他は実施例2と同様の方法でヘスベリジン抽出液を得た。得られたヘスベリジン抽出液のヘスベリジン含有率およびヘスベリジン抽出率をそれぞれ測定し、その結果を表4に示す。

*(150μm)の篩で濾過した後、ろ過液を遠心分離処理(10000rpm, 10分間)して、上澄部をヘスベリジン抽出液として得た。上記のようにしてそれぞれのアルカリ土類金属化合物を用いて得た抽出液のヘスベリジン含有率およびヘスベリジン抽出率を無添加の場合と合わせて表3に示す。

【0033】

【表3】

※50重量%の範囲で0.50重量%きざみで添加量を変えて添加するとともに、水酸化ナトリウム溶液でpH12に調整し、その他は実施例2と同様の方法でヘスベリジン抽出液を得た。得られたヘスベリジン抽出液のヘスベリジン含有率およびヘスベリジン抽出率をそれぞれ測定し、その結果を表4に示す。

【0036】

【表4】

表4 ヘスベリジンの抽出に及ぼす塩化カルシウム添加率の影響

抽出液量 (ml)	塩化カルシウム(二水和物)添加率 (%)							
	0	0.25	0.50	0.75	1.00	1.50	2.00	2.50
抽出液量 (ml)	205	584	615	655	701	704	696	672
ヘスベリジン含有率 (%)	0.69	0.85	0.84	0.86	0.93	0.96	0.84	0.75
ヘスベリジン抽出率 (%)	12.1	42.6	44.0	48.1	56.0	57.5	49.8	42.9

供試試料(ヘスベリジン含有率:1.17%)1kgに塩化カルシウム二水和物0~25g添加後、水酸化ナトリウム溶液によりpH12に調整し、全量を1.20kgにした。

【0037】表4に示すように、ヘスベリジン抽出率は、塩化カルシウムの添加量が0.75重量%~2.00重量%の範囲で高くなった。特に、塩化カルシウムを1.50重量%添加したとき、つまり、搾汁粕1kgに対して約100ミリモル濃度となるように添加したとき最も効率よく抽出できた。すなわち、アルカリ土類金属化合物の添加割合は化合物の種類によらずいずれも温州みかん搾汁粕1000gに対して100ミリモル前後が最適であるという知見が得られた。

【0038】(実施例4)温州みかん搾汁粕(ヘスベリジン含量0.96%)1000gに対して100ミリモ

ルに相当する14.7gの塩化カルシウム(二水和物)を添加して、水酸化ナトリウム溶液でpH10.0~13.0の範囲で0.5きざみでpHが異なる試料を作成し、その他は実施例2と同様の方法でヘスベリジン抽出液を得た。

【0039】得られたヘスベリジン抽出液のヘスベリジン含有率およびヘスベリジン抽出率をそれぞれ測定し、その結果を表5に示す。

【0040】

【表5】

表5 ヘスベリジンの抽出に及ぼすpHの影響

	抽出 pH						
	10.0	10.5	11.0	11.5	12.0	12.5	13.0
抽出液量 (ml)	711	717	747	747	775	728	706
ヘスベリジン含有率(%)	0.20	0.25	0.67	0.74	0.82	0.85	0.87
ヘスベリジン抽出率(%)	14.5	18.7	52.3	57.7	64.2	64.7	64.0

供試試料(ヘスベリジン含有率:0.96%)1kgに塩化カルシウム二水和物14.7g(100ミリモル)添加後、水酸化ナトリウム溶液によりpH調整を行い、全量を1.20kgに調整した。

【0041】表5に示すように、pHを11~13の範囲に調整すれば、抽出率が高なり、特に、pH11.5以上で効率よく抽出できた。そして、経済性を考慮すると、pHを11.5~12.5に調整することが最も好ましいと言う知見を得た。

【0042】(実施例5)温州みかん搾汁粕(ヘスベリジン含量1.07%)1000gに対して100ミリモルに相当する7.5gの水酸化カルシウム添加するとともに、6N水酸化ナトリウム溶液をさらに添加してpH 12に調整した以外は、実施例2と同様にして抽出液を*

*得た。続いて、塩酸でこの抽出液をpH4.0~6.5範囲で0.5きざみでpHを変化させた試料をそれぞれ得た。そして、各試料を70℃に加熱してヘスベリジンを析出させた後、直ちに20℃で5分間遠心分離処理(10000rpm)し、得られた沈澱を乾燥して粗ヘスベリジンを回収した。このようにして回収した粗ヘスベリジンの純度と回収率とを調べその結果を表6に示す。

【0043】

【表6】

表6 ヘスベリジンの回収に及ぼすpHの影響

	pH					
	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5
回収ヘスベリジン純度(%)	36.7	36.5	45.9	45.2	40.8	39.8
ヘスベリジン回収率(%)	34.3	35.0	34.4	34.5	35.1	35.0

供試試料(1kg、ヘスベリジン含有率:1.07%)に水酸化カルシウム0.75%と水酸化ナトリウム溶液を添加し、pH12に調整(全量1.20kg)し、ヘスベリジン抽出液を得た。続いて、塩酸でpH4.0~6.5に調整し、70℃に加熱し直ちに5分間遠心分離処理し、得られた沈澱を乾燥して粗ヘスベリジンを回収した。

【0044】表6に示すように、ヘスベリジン回収率はpH4.0~6.5の範囲では大差ないが、得られる粗ヘスベリジンの純度はpH5.0~5.5の範囲で最も高くなった。

【0045】(実施例6)実施例5と同様にして得た抽出液に塩酸を添加してpHを5.0に調整し、40~80℃まで10℃きざみで加熱温度を変化させて加熱処理※

※を行った以外は、実施例5と同様にして粗ヘスベリジンを回収した。このようにして回収した粗ヘスベリジンの純度と回収率とを調べ、pH調整後室温で直ちに遠心分離処理して得た粗ヘスベリジンの純度と回収率とを合わせて表7に示す。

【0046】

【表7】

表7 ヘスベリジンの回収に及ぼす加熱温度の影響

	加熱温度 (℃)					
	20*	40	50	60	70	80
回収ヘスベリジン純度(%)	40.2	48.0	49.2	47.5	47.9	47.8
ヘスベリジン回収率(%)	20.6	30.0	33.7	35.9	36.8	37.0

*無加熱(室温)区

供試試料(1kg、ヘスベリジン含有率:1.07%)に水酸化カルシウム0.75%と水酸化ナトリウム溶液を添加し、pH12に調整(全量1.2kg)し、ヘスベリジン抽出液を得た。続いて、塩酸でpH5.0に調整し、室温~80℃に加熱し直ちに5分間遠心分離処理し、得られた沈澱を乾燥して粗ヘスベリジンを回収した。

【0047】表7に示すように、得られるヘスベリジン50の純度および回収率は加熱処理により向上し、特に高温

になるに従って向上した。そして、70℃以上ではほぼ一定値となった。

【0048】

【発明の効果】第1発明にかかるヘスベリジンの抽出方法は、以上のように構成されているので、ヘスベリジンを高い濃度に含むヘスベリジン抽出液を効率よく得ることができる。第2発明にかかるヘスベリジンの回収方法は、上記第1発明の抽出方法によって得られたヘスベリジン抽出液から高純度のヘスベリジンを短時間で効率よく回収することができる。

【0049】第3発明にかかるヘスベリジンの回収方法

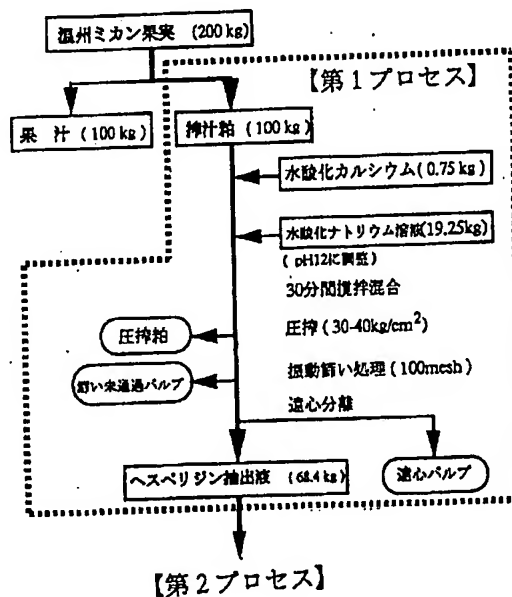
は、上記第1発明の抽出方法によって得られたヘスベリジン抽出液から高濃度のヘスベリジン濃縮液を短時間で効率よく得ることができる。そして、得られたヘスベリジン濃縮液は、機能性素材として有効に利用することができる。

【図面の簡単な説明】

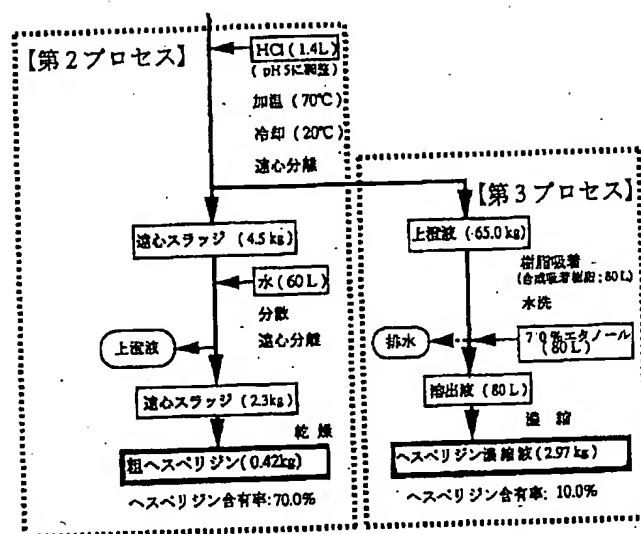
【図1】本発明にかかるヘスベリジンの抽出方法の1実施例をあらわす流れ図である。

【図2】本発明にかかるヘスベリジンの回収方法の1実施例をあらわす流れ図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6
C 0 7 B 63/04識別記号 庁内整理番号
7419-4H

F I

技術表示箇所

(72) 発明者 綾野 茂
和歌山市関戸4-2-61 グランドハイツ
関戸310
(72) 発明者 尾崎 嘉彦
和歌山県海草郡下津町市坪1501-2

(72) 発明者 畠 恵司
和歌山市和歌川町5-48
(72) 発明者 丸山 和之
和歌山県海南市小野田168

THIS PAGE BLANK (USPTO)